

531,264

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
29 avril 2004 (29.04.2004)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2004/035838 A1(51) Classification internationale des brevets⁷ : C21D 8/04,
C22C 38/04, 38/02, 38/06(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2003/002985(22) Date de dépôt international :
10 octobre 2003 (10.10.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
02/12753 14 octobre 2002 (14.10.2002) FR(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : USI-
NOR [FR/FR]; Immeuble "La Pacific", 11/13 Cours
Valmy, La Défense 7, F-92800 Puteaux (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : MARSAL,
Joël [FR/FR]; 27C route de Gandren, F-57570 Beyren les
Sierck (FR). KIRCH, Fernande [FR/FR]; 30 rue de la
Tournaille, F-57300-Ay Sur Moselle (FR). MESCOLINI,
Dominique [FR/FR]; 64, rue Mazelle, F-57000 Metz (FR).(74) Mandataire : PLAISANT, Sophie; Usinor DIR-PI, Im-
meuble "La Pacific", TSA 10001, F-92070 - La Défense
Cedex (FR).(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AU, AZ,
BA, BB, BR, BY, BZ, CA, CN, CO, CR, CU, DM, DZ,
EC, GD, GE, GH, GM, HR, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG,
KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LV, MA, MD, MG, MK,
MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, RU,
SC, SD, SG, SL, SY, TJ, TM, TN, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.(84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet
eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,
TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(54) Title: METHOD FOR MAKING HARDENABLE STEEL PLATES BY FIRING, RESULTING STEEL PLATES

(54) Titre : Procédé de fabrication de toles d'acier durcissables par cuisson, toles d'acier et pieces ainsi obtenues

(57) Abstract: The invention concerns a method for making hardenable steel plates by firing comprising: preparing a steel whereof the composition comprises, expressed in weight percent: $0.03 = C = 0.06$, $0.50 = Mn = 1.10$, $0.08 = Si = 0.20$, $0.015 = Al = 0.070$, $N = 0.007$, $Ni = 0.040$, $Cu = 0.040$, $P = 0.035$, $S = 0.015$, $Mo = 0.010$, $Ti = 0.005$; provided that it comprises boron in an amount such that $0.64 = B/N = 1.60$ the rest consisting of iron and impurities resulting from production; casting a slab of said steel, then hot rolling of said slab to obtain a plate, the final rolling temperature being higher than the point Ar₃; winding said plate at a temperature ranging between 500 and 700 °C; then cold rolling of said plate at a reduction rate ranging between 50 and 80 %; continuous annealing heat treatment for a time interval less than 15 minutes; and strain hardening with a reduction rate ranging between 1.25 and 2.5 %. The invention also concerns the hardenable plates and the parts obtainable therefrom.

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de fabrication de tôles d'acier durcissables par cuisson comprenant - l'élaboration d'un acier dont la composition comprend, exprimées en en poids, $0,03 \leq C \leq 0,06$, $0,50 \leq Mn \leq 1,10$, $0,08 \leq Si \leq 0,20$, $0,015 \leq Al \leq 0,070$, $N \leq 0,007$, $Ni \leq 0,040$, $Cu \leq 0,040$, $P \leq 0,035$, $S \leq 0,015$, $Mo \leq 0,010$, $Ti \leq 0,005$; étant entendu qu'elle comprend également du bore en une quantité telle que $0,64 \leq \frac{B}{N} \leq 1,60$ le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés résultant de l'élaboration, - la coulée d'une brame de cet acier, puis un laminage à chaud de cette brame pour obtenir une tôle, la température de fin de laminage étant supérieure à celle du point Ar₃, - un bobinage de ladite tôle à une température comprise entre 500 et 700°C, puis - un laminage à froid de ladite tôle avec un taux de réduction de 50 à 80%, - un traitement thermique de recuit en continu d'une durée inférieure à 15 minutes, et un écrouissage réalisé avec un taux de réduction compris entre 1,2 et 2,5%, ainsi que les tôles durcissables et les pièces pouvant être obtenues.

WO 2004/035838 A1

Procédé de fabrication de tôles d'acier durcissables par cuisson, tôles d'acier et pièces ainsi obtenues

5

La présente invention concerne un procédé de fabrication de tôles d'acier durcissables par cuisson, dites à "bake hardening", ainsi que les tôles et les pièces d'acier obtenues par la mise en œuvre de ce procédé.

Ces tôles et ces pièces d'acier peuvent comporter un revêtement anti-corrosion, tel que celui obtenu par galvanisation au trempé à chaud ou par électrozingage. Les tôles d'acier sont plus particulièrement destinées à la fabrication de pièces d'aspect pour l'automobile, comme des capots par exemple, tandis que les pièces de plus grande épaisseur que les tôles, sont plus particulièrement destinées à la réalisation de pièces de structure pour automobile, également.

En effet, les pièces d'aspect pour l'automobile doivent être réalisées dans un matériau facile à mettre en œuvre par emboutissage, présentant à l'issue de cette mise en œuvre une bonne résistance à l'indentation, et le plus léger possible afin de diminuer la consommation du véhicule.

Or, ces différentes caractéristiques sont contradictoires : un matériau présente une bonne emboutissabilité lorsque sa limite d'élasticité est faible, mais une bonne résistance à l'indentation nécessite que sa limite d'élasticité soit élevée et son épaisseur importante.

On a donc développé des aciers dits à "bake hardening" (encore appelés aciers à BH) présentant la particularité d'avoir une faible limite d'élasticité avant mise en forme, ce qui les rend facilement emboutissables. Mais, une fois emboutis, puis revêtus de peinture et soumis à un traitement thermique de cuisson (170°C pendant 20 minutes, par exemple), on constate que les pièces ou les tôles d'aciers à BH ont une limite d'élasticité qui a augmenté de façon considérable, ce qui leur confère une bonne résistance à l'indentation.

Dans le cas des pièces de structure, cette propriété de durcissement lors de la cuisson du revêtement est en particulier mise à profit pour réduire l'épaisseur, et donc le poids, de ces pièces.

D'un point de vue métallurgique, ces modifications de caractéristiques s'expliquent par l'évolution du carbone en solution solide dans l'acier. Ce carbone a naturellement tendance à se fixer sur les dislocations de l'acier jusqu'à saturation de celles-ci, ce qui durcit l'acier. En contrôlant la quantité de carbone en solution solide et la densité de dislocations présentes dans l'acier au cours du procédé, on peut donc faire en sorte de durcir l'acier lorsqu'on le souhaite, en créant de nouvelles dislocations, que l'on sature avec le carbone restant en solution solide, et qui migre sous l'effet d'une activation thermique. Il convient cependant d'éviter la présence d'une trop grande quantité de carbone en solution solide, car il pourrait alors entraîner un vieillissement de l'acier sous forme d'un durcissement intempestif avant emboutissage qui irait à l'encontre du but visé.

On connaît des aciers durcissables par cuisson dont la composition comprend du manganèse et du silicium et une quantité notable de phosphore, aux alentours de 0,1% en poids. Ces aciers ont de bonnes caractéristiques mécaniques et un gain en limite d'élasticité après cuisson (BH) de l'ordre de 45 MPa, mais présentent un vieillissement naturel important.

La présente invention a donc pour but de mettre à disposition des aciers durcissables par cuisson présentant de bonnes caractéristiques mécaniques, un gain en limite d'élasticité après cuisson (BH) d'au moins 40 MPa et qui sont moins sensibles au vieillissement naturel que les aciers de l'art antérieur.

A cet effet, un premier objet de la présente invention est constitué par un procédé de fabrication de tôles d'acier durcissables par cuisson comprenant :

- l'élaboration d'un acier dont la composition comprend, exprimées en % en poids :

$$0,03 \leq C \leq 0,06$$

$$0,50 \leq \text{Mn} \leq 1,10$$

$$0,08 \leq \text{Si} \leq 0,20$$

$$0,015 \leq \text{Al} \leq 0,070$$

$$\text{N} \leq 0,007$$

$$5 \quad \text{Ni} \leq 0,040$$

$$\text{Cu} \leq 0,040$$

$$\text{P} \leq 0,035$$

$$\text{S} \leq 0,015$$

$$\text{Mo} \leq 0,010$$

$$10 \quad \text{Ti} \leq 0,005$$

étant entendu qu'elle comprend également du bore en une quantité telle que :

$$0,64 \leq \frac{\text{B}}{\text{N}} \leq 1,60$$

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés résultant de l'élaboration,

- 15
- la coulée d'une brame de cet acier, puis un laminage à chaud de cette brame pour obtenir une tôle, la température de fin de laminage étant supérieure à celle du point Ar3,
 - un bobinage de ladite tôle à une température comprise entre 500 et 700°C, puis

20

 - un laminage à froid de ladite tôle avec un taux de réduction de 50 à 80%,
 - un traitement thermique de recuit en continu d'une durée inférieure à 15 minutes, et
 - un écrouissage réalisé avec un taux de réduction compris entre 1,2

25

 - et 2,5%.

Dans un premier mode de réalisation préféré, le traitement thermique de recuit en continu comprend :

- 30
- un réchauffement de l'acier jusqu'à lui faire atteindre une température comprise entre 750 et 850°C,
 - un maintien isotherme,

- un premier refroidissement jusqu'à une température comprise entre 380 et 500°C, et
- un maintien isotherme, puis
- un deuxième refroidissement jusqu'à température ambiante.

5 Dans un second mode de réalisation préféré, le premier refroidissement comprend une première partie lente effectuée à une vitesse inférieure à 10 °C/s, puis une seconde partie rapide effectuée à une vitesse comprise entre 20 et 50 °C/s.

Le procédé peut également comprendre les variantes suivantes, prises
10 isolément ou en combinaison :

- la teneur en manganèse et la teneur en silicium de l'acier sont telles que :

$$4 \leq \frac{\%Mn}{\%Si} \leq 15$$

- la teneur en manganèse de l'acier est comprise entre 0,55 et 0,65% en poids et la teneur en silicium de l'acier est comprise entre 0,08 et 0,12% en
15 poids,
- la teneur en manganèse de l'acier est comprise entre 0,95 et 1,05% en poids et la teneur en silicium de l'acier est comprise entre 0,16 et 0,20% en poids,
- la teneur en azote de l'acier est inférieure à 0,005% en poids,
- 20 - la teneur en phosphore de l'acier est inférieure à 0,015% en poids.

La teneur en carbone de la composition selon l'invention est comprise entre 0,03 et 0,06% en poids, car cet élément abaisse sensiblement la ductilité. Il est cependant nécessaire d'en avoir un minimum de 0,03% en poids pour éviter tout problème de vieillissement.

25 La teneur en manganèse de la composition selon l'invention doit être comprise entre 0,50 et 1,10% en poids. Le manganèse améliore la limite d'élasticité de l'acier tout en réduisant fortement sa ductilité. En dessous de 0,50% en poids, on observe des problèmes de vieillissement, tandis que au-delà de 1,10% en poids, il nuit trop à la ductilité.

30 La teneur en silicium de la composition selon l'invention doit être comprise entre 0,08 et 0,20 % en poids. Il améliore fortement la limite d'élasticité de l'acier tout en réduisant faiblement sa ductilité, mais augmente

sensiblement sa tendance au vieillissement. Si sa teneur est inférieure à 0,08% en poids, l'acier ne présente pas de bonnes caractéristiques mécaniques, tandis que si elle dépasse 0,20% en poids, on se heurte à des problèmes d'aspect de surfaces sur lesquelles apparaissent des tigrages.

5 Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, le rapport de la teneur en manganèse par rapport à la teneur en silicium est compris entre 4 et 15 afin d'éviter tout problème de fragilité de soudure par étincelage. En effet, si on se place en dehors de ces valeurs, on observe la formation d'oxydes fragilisants lors de cette opération de soudage.

10 Le bore a pour fonction principale de fixer l'azote par précipitation précoce de nitrures de bore. Il doit donc être présent en quantité suffisante pour éviter qu'une trop grande quantité d'azote demeure libre, sans toutefois dépasser trop la quantité stoechiométrique car la quantité résiduelle libre pourrait poser des problèmes métallurgiques ainsi qu'une coloration des rives
15 de bobine. A titre indicatif, on mentionnera que la stoechiométrie stricte est atteinte pour un rapport B/N de 0,77.

La teneur en aluminium de la composition selon l'invention est comprise entre 0,015 et 0,070 % en poids, sans qu'elle présente une importance critique. L'aluminium est présent dans la nuance selon l'invention
20 du fait du procédé de coulée au cours duquel on ajoute cet élément pour désoxyder l'acier. Il importe cependant de ne pas dépasser 0,070% en poids car on rencontrerait alors de problèmes d'inclusions d'oxydes d'aluminium, néfastes pour les caractéristiques mécaniques de l'acier.

Le phosphore est limité dans l'acier selon l'invention à une teneur
25 inférieure à 0,035 % en poids, de préférence inférieure à 0,015 % en poids. Il permet d'augmenter la limite d'élasticité de la nuance, mais il augmente parallèlement sa tendance au vieillissement dans les traitements thermiques, ce qui explique sa limitation. Il est également néfaste pour la ductilité.

La teneur en titane de la composition doit être inférieure à 0,005% en
30 poids, celle en soufre doit être inférieure à 0,015 % en poids, celle en nickel doit être inférieure à 0,040% en poids, celle en cuivre doit être inférieure à 0,040% en poids et celle en molybdène doit être inférieure à 0,010% en poids. Ces différents éléments constituent en réalité les éléments résiduels

issus de l'élaboration de la nuance que l'on rencontre le plus souvent. On limite leurs teneurs car ils sont susceptibles de former des inclusions qui diminuent les caractéristiques mécaniques de la nuance. Parmi ces éléments résiduels peut également se trouver du niobium, que l'on n'ajoute pas à la composition, mais qui peut être présent à l'état de traces, c'est à dire à une teneur inférieure à 0,004%, de préférence inférieure à 0,001%, et de façon particulièrement préférée égale à 0.

Un second objet de l'invention est constitué par une tôle durcissable par cuisson pouvant être obtenue par le procédé selon l'invention et qui présente une limite d'élasticité comprise entre 260 et 360 MPa, une résistance à la traction comprise entre 320 et 460 MPa, une valeur de BH2 supérieure à 40 MPa, et de préférence supérieure à 60 MPa et un palier de limite d'élasticité inférieur ou égal à 0,2%.

La présente invention va être illustrée à partir des exemples qui suivent, le tableau ci-dessous donnant la composition des différents aciers testés en % en poids, parmi lesquels, les coulées 1 à 4 sont conformes à la présente invention tandis que la coulée 5 est utilisée à titre de comparaison :

	Coulée 1	Coulée 2	Coulée 3	Coulée 4	Coulée 5
C	0,044	0,045	0,038	0,043	0,066
Mn	0,546	0,989	0,598	1,000	0,625
Si	0,089	0,167	0,088	0,179	0,091
N	0,0033	0,0042	0,0032	0,0045	0,0039
B	0,0025	0,0029	0,0051	0,0029	-
Al	0,047	0,031	0,038	0,029	0,058
P	0,006	0,0065	0,007	0,009	0,078
S	0,010	0,0056	0,01	0,008	0,0076
Cu	0,020	0,025	0,012	0,017	0,029
Ni	0,019	0,022	0,019	0,016	0,023
Ti	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002
Mo	0,002	0,003	0,008	0,002	0,002

Le reste de la composition des coulées 1 à 5 est bien entendu constitué de fer et éventuellement d'impuretés résultant de l'élaboration.

Mesure du gain en limite d'élasticité après cuisson

Afin de quantifier le gain possible en limite d'élasticité de l'acier, après cuisson, on procède à des essais conventionnels simulant une mise en œuvre réelle au cours de laquelle on emboutit une tôle, puis on la cuit.

On fait donc subir à une éprouvette une traction uniaxiale de 2%, puis un traitement thermique de 170°C pendant 20 minutes.

Au cours de ce processus, on mesure successivement :

- la limite d'élasticité Re_0 de l'éprouvette découpée dans la tôle d'acier venant de subir le recuit continu, puis
- la limite d'élasticité $Re_{2\%}$ de l'éprouvette ayant subie une traction uniaxiale de 2%, puis
- la limite d'élasticité Re_{TT} après traitement thermique de 170°C pendant 20 minutes.

La différence entre Re_0 et $Re_{2\%}$ permet de calculer le durcissement du à la mise en œuvre (work hardening ou WH), tandis que la différence entre $Re_{2\%}$ et Re_{TT} conduit au durcissement du à la cuisson que l'on désigne, pour cet essai conventionnel, par BH2.

Abréviations employées

- A : allongement à la rupture en %
- Re : limite d'élasticité en MPa
- Rm : résistance à la traction en MPa
- n : coefficient d'écrouissage
- P : palier de limite d'élasticité en %

Exemple 1

On fabrique des brames à partir des coulées 1 à 4, puis on les lamine à chaud à une température supérieure à Ar_3 . Pour ces coulées, la température de fin de laminage est comprise entre 854 et 880°C. On bobine les tôles ainsi obtenues, à une température de bobinage entre 580 et 620°C

pour ces coulées, puis on les lamine à froid avec un taux de réduction qui varie de 70 à 76%.

Les tôles sont ensuite soumises à un recuit continu qui présente les étapes suivantes :

- 5 – réchauffement de la tôle jusqu'à atteindre une température de 750°C, à une vitesse de réchauffage de 6°C/s, puis
- maintien à cette température pendant 50 secondes,
- refroidissement lent jusqu'à 650°C, à une vitesse de refroidissement de 4°C/s, puis
- 10 – refroidissement rapide jusqu'à 400°C, à une vitesse de refroidissement de 28°C/s,
- maintien à cette température pendant 170 secondes, puis
- refroidissement à température ambiante, à une vitesse de refroidissement de 5°C/s.
- 15 –

On découpe ensuite des éprouvettes dans ces tôles, et on mesure leurs limites d'élasticité Re0. Puis, on soumet ces éprouvettes à une traction uniaxiale de 2% et on mesure leurs limites d'élasticité Re2% ainsi que leurs autres caractéristiques mécaniques. Ensuite, on leur fait subir un traitement

20 thermique conventionnel à 170°C pendant 20 minutes et on mesure leurs nouvelles limites d'élasticité ReTT. On calcule ensuite leurs BH2.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant :

Eprouvette	Re (MPa)	Rm (MPa)	P (%)	BH2 (MPa)
Coulée 1	296	384	0	67
Coulée 2	305	422	0	44
Coulée 3	284	379	0,2	64

On constate que les coulées 1 à 3 selon l'invention présentent de bonnes caractéristiques mécaniques, une bonne valeur de BH2 et ne présentent pas ou peu de palier de limite d'élasticité.

- 5 On découpe ensuite de nouvelles éprouvettes dans les tôles ayant subi le recuit continu, et on les soumet à un traitement thermique à 75°C pendant 10 heures. Ce traitement thermique est équivalent à un vieillissement naturel de 6 mois à température ambiante. On obtient les résultats suivants :

10

Eprouvette	Re (MPa)	Rm (MPa)	n	P%	A %
Coulée 1 (état frais)	296	384	0,208	0	36,6
Coulée 1 (état vieilli)	290	394	0,165	0,1	31,1
Coulée 2 (état frais)	305	422	0,189	0	33,1
Coulée 2 (état vieilli)	299	431	0,160	0	31,0
Coulée 3 (état frais)	284	379	0,194	0,2	35,3
Coulée 3 (état vieilli)	286	393	0,157	0,2	30,4

On constate après simulation d'un vieillissement naturel de 6 mois que les coulées 1 à 3 selon l'invention ne présentent pas de reprise de palier rédhibitoire à l'aspect Z (inférieur ou égal à 0.2%).

15

Exemple 2

On fabrique des brames à partir des coulées 1 à 5, puis on les lamine à chaud, la température de fin de laminage étant de 850/880°C. On bobine les tôles ainsi obtenues, à une température de bobinage de 580/620°C, puis

on les lamine à froid avec un taux de réduction variant de 70/76% pour ces coulées.

Les tôles sont ensuite soumises à un recuit continu qui présente les étapes suivantes :

- 5 – réchauffement de la tôle jusqu'à atteindre une température de 820°C, à une vitesse de réchauffage de 7°C/s, puis
- maintien à cette température pendant 30 secondes,
- refroidissement lent jusqu'à 650°C, à une vitesse de refroidissement de 6°C/s, puis
- 10 – refroidissement rapide jusqu'à 470°C, à une vitesse de refroidissement de 45°C/s,
- maintien à cette température pendant 20 secondes, puis
- refroidissement à température ambiante, à une vitesse de refroidissement de 11°C/s.

- 15 On découpe ensuite des éprouvettes dans ces tôles, et on mesure leurs limites d'élasticité Re_0 . Puis, on soumet ces éprouvettes à une traction uniaxiale de 2% et on mesure leurs limites d'élasticité $Re_2\%$ ainsi que leurs autres caractéristiques mécaniques. Ensuite, on leur fait subir un traitement thermique conventionnel à 170°C pendant 20 minutes et on mesure leurs
- 20 nouvelles limites d'élasticité Re_{TT} . On calcule ensuite leurs BH2.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant :

Eprouvette	Re (MPa)	Rm (MPa)	P (%)	BH2 (MPa)
Coulée 1	290	389	0	74
Coulée 2	315	424	0	64
Coulée 3	282	377	0	82
Coulée 4	310	413	0,2	59
Coulée 5	333	436	1,2	40

On constate que les coulées 1 à 4 selon l'invention présentent de bonnes caractéristiques mécaniques, une très bonne valeur de BH2 et ne présentent pas ou peu de palier de limite d'élasticité, contrairement à la coulée 5 qui présente 1,2% de palier.

- 5 On découpe ensuite de nouvelles éprouvettes dans les tôles ayant subi le recuit continu, et on les soumet à un traitement thermique à 75°C pendant 10 heures. Ce traitement thermique est équivalent à un vieillissement naturel de 6 mois à température ambiante. On obtient les résultats suivants :

10

Eprouvette	Re (MPa)	Rm (MPa)	n	P%	A %
Coulée 1 (état frais)	290	389	0,197	0	32,6
Coulée 1 (état vieilli)	294	412	0,160	0,2	27,4
Coulée 2 (état frais)	315	424	0,180	0	32,8
Coulée 2 (état vieilli)	325	447	0,147	0	27,3
Coulée 3 (état frais)	282	377	0,185	0	20,4
Coulée 3 (état vieilli)	295	415	0,148	0	26,2
Coulée 4 (état frais)	310	413	0,187	0,2	31,7
Coulée 4 (état vieilli)	311	425	0,163	0,1	29,5
Coulée 5 (état frais)	333	436	0,186	1,2	31,6
Coulée 5 (état vieilli)	335	446	0,167	1,8	29,4

On constate après simulation d'un vieillissement naturel de 6 mois que les coulées 1 à 4 selon l'invention ne présentent pas de palier rédhibitoire à l'aspect Z (inférieur ou égal à 0,2%), contrairement à la coulée 5 qui présente un palier de 1,8%.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication de tôles d'acier durcissables par cuisson comprenant :

- 5 – l'élaboration d'un acier dont la composition comprend, exprimées en % en poids :

$$0,03 \leq C \leq 0,06$$

$$0,50 \leq Mn \leq 1,10$$

$$0,08 \leq Si \leq 0,20$$

10 $0,015 \leq Al \leq 0,070$

$$N \leq 0,007$$

$$Ni \leq 0,040$$

$$Cu \leq 0,040$$

$$P \leq 0,035$$

15 $S \leq 0,015$

$$Mo \leq 0,010$$

$$Ti \leq 0,005$$

étant entendu qu'elle comprend également du bore en une quantité telle que :

$$0,64 \leq \frac{B}{N} \leq 1,60$$

20 le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés résultant de l'élaboration,

- la coulée d'une brame de cet acier, puis un laminage à chaud de cette brame pour obtenir une tôle, la température de fin de laminage étant supérieure à celle du point Ar3,
- 25 – un bobinage de ladite tôle à une température comprise entre 500 et 700°C, puis
- un laminage à froid de ladite tôle avec un taux de réduction de 50 à 80%,
- un traitement thermique de recuit en continu d'une durée inférieure
- 30 à 15 minutes, et

- un écrouissage réalisé avec un taux de réduction compris entre 1,2 et 2,5%.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit traitement thermique de recuit en continu comprend :
- 5 – un réchauffement de l'acier jusqu'à lui faire atteindre une température comprise entre 750 et 850°C,
- un maintien isotherme,
- un premier refroidissement jusqu'à une température comprise entre 380 et 500°C, et
- 10 – un maintien isotherme, puis
- un deuxième refroidissement jusqu'à température ambiante.
3. Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit premier refroidissement comprend une première partie lente effectuée à une vitesse inférieure à 10 °C/s, puis une seconde partie
- 15 rapide effectuée à une vitesse comprise entre 20 et 50 °C/s.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'en outre, la teneur en manganèse et la teneur en silicium de l'acier sont telles que :
- $$4 \leq \frac{\%Mn}{\%Si} \leq 15$$
- 20 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, en outre, la teneur en manganèse de l'acier est comprise entre 0,55 et 0,65% en poids et la teneur en silicium de l'acier est comprise entre 0,08 et 0,12% en poids.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en
- 25 ce que, en outre, la teneur en manganèse de l'acier est comprise entre 0,95 et 1,05% en poids et la teneur en silicium de l'acier est comprise entre 0,16 et 0,20% en poids.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que, en outre, la teneur en azote de l'acier est inférieure à 0,005% en
- 30 poids.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en

ce que, en outre, la teneur en phosphore de l'acier est inférieure à 0,015% en poids.

- 5 9. Tôle durcissable par cuisson pouvant être obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle présente une limite d'élasticité comprise entre 260 et 360 MPa, une résistance à la traction comprise entre 320 et 460 MPa, une valeur de BH2 supérieure à 40 MPa et un palier de limite d'élasticité inférieur ou égal à 0,2%.
- 10 10. Tôle selon la revendication 9, caractérisée en ce qu'elle présente en outre une valeur de BH2 supérieure à 60 MPa.
11. Pièce pouvant être obtenue par découpe d'une ébauche dans une tôle durcissable selon la revendication 9 ou 10, puis peinture et cuisson à moins de 200°C de ladite ébauche.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 03/02985

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C21D8/04 C22C38/04 C22C38/02 C22C38/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C22C C21D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 02/059384 A (MESCOLINI DOMINIQUE ;MARSAL JOEL (FR); USINOR (FR)) 1 August 2002 (2002-08-01)	11
Y	the whole document	1-10
Y	EP 0 870 848 A (COCKERILL RECH & DEV) 14 October 1998 (1998-10-14) page 5, line 36 - line 56; example 3 page 6, line 46 - page 7, line 12; example 5	1-10
A	US 6 162 308 A (HEIDTMANN ULLRICH ET AL) 19 December 2000 (2000-12-19) the whole document	1-11
	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *Z* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

16 March 2004

Date of mailing of the international search report

24/03/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tél (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Patton, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 03/02985

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 905 267 A (NIPPON KOKAN KK) 31 March 1999 (1999-03-31) the whole document	1-11
A	DE 197 01 443 A (THYSSEN STAHL AG) 23 July 1998 (1998-07-23) the whole document	1-11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 03/02985

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 02059384	A	01-08-2002	FR 2820150 A1	02-08-2002
			BR 0206643 A	25-02-2004
			CA 2435938 A1	01-08-2002
			EP 1354070 A2	22-10-2003
			WO 02059384 A2	01-08-2002
EP 0870848	A	14-10-1998	BE 1011066 A3	06-04-1999
			AT 249528 T	15-09-2003
			DE 69817900 D1	16-10-2003
			DK 870848 T3	12-01-2004
			EP 0870848 A1	14-10-1998
US 6162308	A	19-12-2000	DE 19622164 C1	07-05-1997
			BR 9709633 A	10-08-1999
			CA 2251354 A1	11-12-1997
			WO 9746720 A1	11-12-1997
			EP 0914480 A1	12-05-1999
			JP 2000514499 T	31-10-2000
			KR 2000016309 A	25-03-2000
			PL 330318 A1	10-05-1999
EP 0905267	A	31-03-1999	JP 11050194 A	23-02-1999
			JP 3379404 B2	24-02-2003
			JP 11092829 A	06-04-1999
			JP 11199971 A	27-07-1999
			BR 9802610 A	13-10-1999
			CN 1213011 A ,B	07-04-1999
			DE 69815778 D1	31-07-2003
			EP 0905267 A1	31-03-1999
			TW 400390 B	01-08-2000
			US 6171413 B1	09-01-2001
DE 19701443	A	23-07-1998	DE 19701443 A1	23-07-1998

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande nationale No
PCT/FR 03/02985

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 C21D8/04 C22C38/04 C22C38/02 C22C38/06

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C22C C21D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 02/059384 A (MESCOLINI DOMINIQUE ;MARSAL JOEL (FR); USINOR (FR)) 1 août 2002 (2002-08-01)	11
Y	le document en entier	1-10
Y	EP 0 870 848 A (COCKERILL RECH & DEV) 14 octobre 1998 (1998-10-14) page 5, ligne 36 - ligne 56; exemple 3 page 6, ligne 46 - page 7, ligne 12; exemple 5	1-10
A	US 6 162 308 A (HEIDTMANN ULLRICH ET AL) 19 décembre 2000 (2000-12-19) le document en entier	1-11
	-/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

A document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

E document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

L document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

O document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

P document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

& document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

16 mars 2004

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

24/03/2004

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Patton, G

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 03/02985

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 905 267 A (NIPPON KOKAN KK) 31 mars 1999 (1999-03-31) le document en entier	1-11
A	DE 197 01 443 A (THYSSEN STAHL AG) 23 juillet 1998 (1998-07-23) le document en entier	1-11

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 03/02985

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 02059384	A	01-08-2002	FR 2820150 A1 BR 0206643 A CA 2435938 A1 EP 1354070 A2 WO 02059384 A2	02-08-2002 25-02-2004 01-08-2002 22-10-2003 01-08-2002
EP 0870848	A	14-10-1998	BE 1011066 A3 AT 249528 T DE 69817900 D1 DK 870848 T3 EP 0870848 A1	06-04-1999 15-09-2003 16-10-2003 12-01-2004 14-10-1998
US 6162308	A	19-12-2000	DE 19622164 C1 BR 9709633 A CA 2251354 A1 WO 9746720 A1 EP 0914480 A1 JP 2000514499 T KR 2000016309 A PL 330318 A1	07-05-1997 10-08-1999 11-12-1997 11-12-1997 12-05-1999 31-10-2000 25-03-2000 10-05-1999
EP 0905267	A	31-03-1999	JP 11050194 A JP 3379404 B2 JP 11092829 A JP 11199971 A BR 9802610 A CN 1213011 A ,B DE 69815778 D1 EP 0905267 A1 TW 400390 B US 6171413 B1	23-02-1999 24-02-2003 06-04-1999 27-07-1999 13-10-1999 07-04-1999 31-07-2003 31-03-1999 01-08-2000 09-01-2001
DE 19701443	A	23-07-1998	DE 19701443 A1	23-07-1998